

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平10-195072

(43) 公開日 平成10年(1998) 7月28日

(51) Int.Cl.⁶
C 0 7 D 417/12
A 0 1 N 43/78
43/824

識別記号
2 1 3

F I
C 0 7 D 417/12
A 0 1 N 43/78
43/82
2 1 3
D
1 0 1 C

審査請求 未請求 請求項の数 2 O L (全 9 頁)

(21) 出願番号 特願平9-6192
(22) 出願日 平成9年(1997) 1月17日

(71) 出願人 000002093
住友化学工業株式会社
大阪府大阪市中央区北浜4丁目5番33号
(72) 発明者 杉原 輝一
兵庫県宝塚市高司4丁目2番1号 住友化学工業株式会社内
(72) 発明者 土屋 亨
兵庫県宝塚市高司4丁目2番1号 住友化学工業株式会社内
(72) 発明者 松尾 憲忠
兵庫県宝塚市高司4丁目2番1号 住友化学工業株式会社内
(74) 代理人 弁理士 久保山 隆 (外1名)

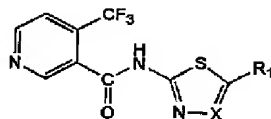
(54) 【発明の名称】 ピリジン-3-カルボキサミド化合物またはその塩およびその用途

(57) 【要約】

【課題】有害動物に対して優れた防除効力を示す化合物を提供すること。

【解決手段】一般式 化1

【化1】

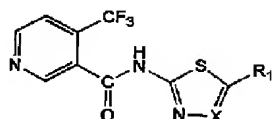


〔式中、Xは窒素原子または式C-R₂で示される基を表し、R₁ およびR₂ は、同一または相異なり、水素原子、ハロゲン原子、アルキル基、ハロアルキル基アルコキシ基、アルキルチオ基またはニトロ基を表す。〕で示されるピリジン-3-カルボキサミド化合物またはその塩。

【特許請求の範囲】

【請求項1】一般式 化1

【化1】



〔式中、Xは窒素原子または式C-R₂で示される基を表し、R₁およびR₂は、同一または相異なり、水素原子、ハロゲン原子、アルキル基、ハロアルキル基アルコキシ基、アルキルチオ基またはニトロ基を表す。〕で示されるピリジン-3-カルボキサミド化合物またはその塩。

【請求項2】請求項1記載のピリジン-3-カルボキサミド化合物またはその塩を有効成分として含有することを特徴とする有害動物防除剤。

【発明の詳細な説明】

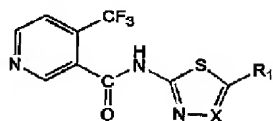
【0001】

【発明の属する技術分野】本発明はピリジン-3-カルボキサミド化合物またはその塩およびその用途に関する。

【発明が解決しようとする課題】本発明は有害動物に対して優れた防除効力を示す化合物を提供することを課題とする。

【課題を解決するための手段】本発明者らは、鋭意検討した結果、下記一般式 化2で示されるピリジン-3-カルボキサミド化合物またはその塩が有害動物に対して優れた防除効力を示すことを見出し、本発明に至った。即ち、本発明は、一般式 化2

【化2】



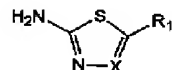
〔式中、Xは窒素原子または式C-R₂で示される基を表し、R₁およびR₂は、同一または相異なり、水素原子、ハロゲン原子（塩素原子、臭素原子、フッ素原子等）、アルキル基（例えば、メチル基、エチル基、イソプロピル基、tert-ブチル基等のC₁-C₆アルキル基等）、ハロアルキル基（例えば、トリフルオロメチル基等のC₁-C₃ハロアルキル基等）、アルコキシ基（例えば、メトキシ基、エトキシ基等のC₁-C₆アルコキシ基等）、アルキルチオ基（例えば、メチルチオ基、エチルチオ基等のC₁-C₆アルキルチオ基等）またはニトロ基を表す。〕で示されるピリジン-3-カルボキサミド化合物またはその塩（以下、本発明化合物と記す。）およびそれを有効成分として含有することを特徴とする有害動物防除剤を提供するものである。本発明化合物において、塩としては、例えば、塩酸塩、臭化水素酸塩、リン酸塩、硫酸塩、硝酸塩などの無機酸等との

酸付加塩が挙げられる。

【0002】

【発明の実施の形態】本発明化合物は、例えば、以下の方法により製造することができる。4-トリフルオロメチルピリジン-3-カルボン酸またはその反応性誘導体と一般式 化3

【化3】



〔式中、XおよびR₁は前記と同じ意味を表す。〕で示されるアミン化合物とを反応させる方法。4-トリフルオロメチルピリジン-3-カルボン酸そのものを反応に用いる場合、反応においては、ジシクロヘキシルカルボジイミド、N,N'-カルボニルジイミダゾール、または1-エチル-3-（3-ジメチルアミノプロピル）カルボジイミドなどの縮合剤が使用される。反応は、通常溶媒中で行われ、溶媒としては、ジエチルエーテル、テトラヒドロフランなどのエーテル類、塩化メチレン、クロロホルムなどのハロゲン化炭化水素類、ベンゼン、トルエンなどの芳香族炭化水素類、アセトニトリル、N,N'-ジメチルホルムアミドなどの非プロトン性極性溶媒など、あるいは、これらの混合溶媒が挙げられる。反応温度は、通常-20~110℃までの範囲であり、反応時間は通常1~30時間の範囲である。用いられる反応剤の量比は、4-トリフルオロメチルピリジン-3-カルボン酸1モルに対し、一般式 化3で示されるアミン化合物は通常1.0~1.3モルの割合であり、縮合剤は通常1~1.5モルの割合である。反応終了後は有機溶媒抽出、濃縮、晶析などの通常の後処理をすることにより、目的とする本発明化合物を単離することができるが、必要に応じて、再結晶、カラムクロマトグラフィー等によりさらに精製することもできる。4-トリフルオロメチルピリジン-3-カルボン酸の反応性誘導体〔対応する酸塩化物、エステル（例えば、メチルエステル、エチルエステル等のC₁-C₄アルキルエステル等）、または酸無水物等〕を反応に用いる場合、通常上記の溶媒中で必要に応じて塩基の存在下に反応が行われる。塩基としては、例えばトリメチルアミン、トリエチルアミン、ピリジンなどの第3級アミン、水酸化ナトリウム、水酸化カリウムなどのアルカリ金属水酸化物、炭酸ナトリウム、炭酸カリウムなどのアルカリ金属炭酸塩、ナトリウムメトキシド、ナトリウムエトキシドなどのアルカリ金属のアルコキシドなどが挙げられる。反応温度は、一般に-20~110℃までの範囲をとりうるが、反応性誘導体が対応する酸塩化物または酸無水物の場合は通常0~30℃までの範囲であり、反応性誘導体が対応するエステルの場合には、通常50~110℃までの範囲である。反応時間は通常1~30時間の範囲である。用いられる反応剤の量比は、4-トリフルオロメチルピリジン-3-カルボン酸

の反応性誘導体1モルに対し、一般式 化3で示されるアミン化合物は通常1.0～1.2モルの割合であり、必要に応じて用いられる塩基は通常1.0～1.2モルの割合である。反応終了後は有機溶媒抽出、濃縮、晶析などの通常の後処理をすることにより、目的とする化合物を単離することができるが、必要に応じて、再結晶、カラムクロマトグラフィー等によりさらに精製することもできる。本発明化合物のうち塩は、本発明化合物のうち塩でないものと、例えば、塩酸、臭化水素酸、リン酸、硫酸、硝酸などの無機等の酸と反応させることにより得ることが出来る。4-トリフルオロメチルピリジン-3-カルボン酸は公知化合物であり、例えば、市販のものをを用いることができる。一般式 化3のアミン化合物のうち、Xが式C-R₂で示される基であるもの、即ち、2*

*-アミノチアゾール誘導体は、例えば、J. Agric. Food Chem., 39, 1652-1657 (1991)に記載の方法に準じて α -ハロケトン誘導体とチオ尿素誘導体とから製造することができ、一般式 化3のアミン化合物のうち、Xが窒素原子であるもの、即ち、2-アミノ-1,3,4-チアジアゾール誘導体は、例えば、J. Heterocyclic chem., 17, 607-608 (1980) に記載の方法に準じて製造することができる。

【0003】本発明化合物の例および一般式 化3で示されるアミン化合物の例を表1に示す（一般式 化2で示される化合物の各置換基の定義または一般式 化3で示されるアミン化合物の各置換基の定義で示す）。

【表1】

R ₁	X
H	C-H
H	C-CH ₃
CH ₃	C-H
CH ₃	C-CH ₃
C ₂ H ₅	C-H
H	C-C ₂ H ₅
H	C-CF ₃
Cl	C-CF ₃
H	C-C(CH ₃) ₃
CH ₃	C-CF ₃
CH ₃	C-Cl
CF ₃	C-Cl
OCH ₃	C-H
SCH ₃	C-H
H	C-OCH ₃
H	C-SCH ₃
H	N
CH ₃	N
C ₂ H ₅	N
CF ₃	N
OCH ₃	N
SC ₂ H ₅	N
Cl	N

【0004】本発明化合物が防除効力を示し得る有害動物としては、例えば下記の有害昆虫類、線虫類、ダニ類等があげられる。

半翅目害虫

ヒメトビウンカ (*Laodelphax striatellus*)、トビイロウンカ (*Nilaparvata lugens*)、セジロウンカ (*Sogatella furcifera*) などのウンカ類、ツマグロヨコバイ (*Nephotettix cincticeps*)、タイワンツマグロ※50

※ヨコバイ (*Nephotettix virescens*) などのヨコバイ類、ワタアブラムシ (*Aphis gossypii*)、モモアカアブラムシ (*Myzus persicae*) などのアブラムシ類、カメムシ類、オンシツコナジラミ (*Trialeurodes vaporariorum*)、タバココナジラミ (*Bemisia tabaci*)、シルバーリーフコナジラミ (*Bemisia argentifolii*) などのコナジラミ類、カイガラムシ類、グンバイムシ類、キジラミ類など

鱗翅目害虫

ニカメイガ (*Chilo suppressalis*)、コブノメイガ (*Cnaphalocrocis medinalis*)、ヨーロッパアンコーンボラー (*Ostrinia nubilalis*)、シバツトガ (*Parapediasia teterrella*)、ワタノメイガ (*Notarcha de rogata*)、ノシメマダラメイガ (*Plodia interpunctella*) などのメイガ類、ハスモンヨトウ (*Spodoptera litura*)、アワヨトウ (*Pseudaletia separata*)、ヨトウガ (*Mamestra brassicae*)、タマナヤガ (*Agrotis ipsilon*)、トリコプルシア属、ヘリオティス属、ヘリコベルバ属などのヤガ類、モンシロチョウ (*Pieris rapae crucivora*) などのシロチョウ類、アドキソフィエス属、ナシヒメシンクイ (*Grapholita molesta*)、コドリグモス (*Cydia pomonella*) などのハマキガ類、モモシンクイガ (*Carposina niponensis*) などのシンクイガ類、リオネティア属などのハモグリガ類、リマントリア属、ユープロクティス属などのドクガ類、コナガ (*Plutella xylostella*) などのスガ類、ワタアカミムシ (*Pectinophora gossypiella*) などのキバガ類、アメリカシロヒトリ (*Hyphantria cunea*) などのヒトリガ類、イガ (*Tinea translucens*)、コイガ (*Tineolabisselliella*) などのヒロズコガ類など

双翅目害虫

アカイエカ (*Culex pipiens pallens*)、コガタアカイエカ (*Culex tritaeniorhynchus*) などのイエカ類、*Aedes aegypti*、*Aedes albopictus* などのエーデス属、*Anopheles sinensis* などのアノフェレス属、ユスリカ類、イエバエ (*Musca domestica*)、オオイエバエ (*Muscina stabulans*) などのイエバエ類、クロバエ類、ニクバエ類、ヒメイエバエ類、タネバエ (*Delia platura*)、タマネギバエ (*Delia antiqua*) などのハナバエ類、ミバエ類、ショウジョウバエ類、チョウバエ類、ブユ類、アブ類、サシバエ類、ハモグリバエ類など

鞘翅目害虫

ウエスタンコーンルームワーム (*Diabrotica virgifera virgifera*)、サザンコーンルートワーム (*Diabrotica undecimpunctata howardi*) などのコーンルートワーム類、ドウガネブイブイ (*Anomala cuprea*)、ヒメコガネ (*Anomala rufocuprea*) などのコガネムシ類、メイズウィービル (*Sitophilus zeamais*)、イネミズゾウムシ (*Lissorhoptrus oryzophilus*)、アルファルファタコゾウムシ (*Hypera pastica*)、アズキゾウムシ (*Callosobruchus chinenensis*) などのゾウムシ類、チャイロコメノゴミムシダマシ (*Tenebrio molitor*)、コクヌストモドキ (*Tribolium castaneum*) などのゴミムシダマシ類、ウリハムシ (*Aulacophora femoralis*)、キスジノミハムシ (*Phyllotreta striolata*)、コロラドハムシ (*Leptinotarsa decemlineata*) などのハムシ類、シバンムシ類、ニジュウヤホシテ

ントウ (*Epilachna vigintioctopunctata*) などのエビラクナ類、ヒラタキクイムシ類、ナガシクイムシ類、カミキリムシ類、アオバアリガタハネカクシ (*Paederus fuscipes*) など

直翅目網翅類害虫

チャバネゴキブリ (*Blattella germanica*)、クロゴキブリ (*Periplaneta fuliginosa*)、ワモンゴキブリ (*Periplaneta americana*)、トビイロゴキブリ (*Periplaneta brunnea*)、トウヨウゴキブリ (*Blatta orientalis*) など

アザミウマ目害虫

ミナミキイロアザミウマ (*Thrips palmi*)、ネギアザミウマ (*Thrips tabaci*)、ハナアザミウマ (*Thrips hawaiiensis*) などのスリップス属、ヒラズハナアザミウマ (*Frankliniella intonsa*)、ミカンキイロアザミウマ (*Frankliniella occidentalis*) などのFrankliniella 属

膜翅目害虫

アリ類、スズメバチ類、アリガタバチ類、ニホンカブラバチ (*Athalia japonica*) などのハバチ類など

直翅目害虫

ケラ類、バッタ類等

隠翅目害虫

ヒトノミ (*Pulex irritans*) 等

シラミ目害虫

コロモジラミ (*Pediculus humanus corporis*)、ケジラミ (*Phthirus pubis*) など

シロアリ目害虫

ヤマトシロアリ (*Reticulitermes speratus*)、イエシロアリ (*Coptotermes formosanus*) など

ダニ類

ナミハダニ (*Tetranychus urticae*)、カンザワハダニ (*Tetranychus kanzawai*)、ミカンハダニ (*Panonychus citri*)、リンゴハダニ (*Panonychus ulmi*)、オリゴニカス属などのハダニ類、ミカンサビダニ (*Aculops pelekassi*)、チャノサビダニ (*Calacarus carinatus*) などのフシダニ類、チャノホコリダニ (*Polyphagotarsonemus latus*) などのホコリダニ類、ヒメハダニ類、ケナガハダニ類、*Boophilus microplus* などのマダニ類、コナダニ類、Pyroglyphidae、ツメダニ類、ワクモ類などの室内塵性ダニ類など

線虫類

ハリセンチュウ目 (Tylenchida)

ブラティレンクス科 (Pratylenchidae)

ミナミネグサレセンチュウ (*Pratylenchus coffeae*)

キタネグサレセンチュウ (*Pratylenchus fallax*)

チャネグサレセンチュウ (*Pratylenchus loosi*)

クルミネグサレセンチュウ (*Pratylenchus vulnus*)

ヘテロデラ科 (Heteroderidae)

ダイズシストセンチュウ (*Heterodera glycines*)

ジャガイモシストセンチュウ (*Globodera rostochien*
sis)

メロイドギネ科 (*Meloidogynidae*)

キタネコブセンチュウ (*Meloidogyne hapla*)

サツマイモネコブセンチュウ (*Meloidogyne incognit*
a)

また、本発明化合物は有機リン剤、カーバメート剤、ピレスロイド剤などの市販殺虫剤に抵抗性を示す上記有害昆虫類、線虫類、ダニ類に対しても有効である。

【0005】本発明化合物を有害動物防除剤(殺虫、殺線虫、殺ダニ剤等)の有効成分として用いる場合は、他の何らの成分を加えず、そのまま使用してもよいが、通常は、固体担体、液体担体、ガス状担体、餅等と混合し、必要あれば界面活性剤、その他の製剤用補助剤を添加して、油剤、乳剤、水和剤、水中懸濁剤・水中乳濁剤等のフロアブル剤、粒剤、粉剤、エアゾール、自己燃焼型燐煙剤・化学反応型燐煙剤・多孔セラミック板燐煙剤等の加熱燐煙剤、ULV剤、毒餌等に製剤して使用する。これらの製剤には、有効成分として本発明化合物を、通常、重量比で0.01%~95%含有する。製剤化の際に用いられる固体担体としては、たとえば粘土類(カオリンクレイ、珪藻土、合成含水酸化珪素、ベントナイト、フバサミクレイ、酸性白土等)、タルク類、セラミック、その他の無機鉱物(セリサイト、石英、硫黄、活性炭、炭酸カルシウム、水和シリカ等)、化学肥料(硫酸、燐安、硝安、尿素、塩安等)等の微粉末あるいは粒状物等があげられ、液体担体としては、たとえば水、アルコール類(メタノール、エタノール等)、ケトン類(アセトン、メチルエチルケトン等)、芳香族炭化水素類(ベンゼン、トルエン、キシレン、エチルベンゼン、メチルナフタレン等)、脂肪族炭化水素類(ヘキサン、シクロヘキサン、灯油、軽油等)、エステル類(酢酸エチル、酢酸ブチル等)、ニトリル類(アセトニトリル、イソブチロニトリル等)、エーテル類(ジイソプロピルエーテル、ジオキサン等)、酸アミド類(N, N-ジメチルホルムアミド、N, N-ジメチルアセトアミド等)、ハロゲン化炭化水素類(ジクロロメタン、トリクロロエタン、四塩化炭素等)、ジメチルスルホキシド、大豆油、綿実油等の植物油等があげられ、ガス状担体、すなわち噴射剤としては、たとえばフロンガス、ブタンガス、LPG(液化石油ガス)、ジメチルエーテル、炭酸ガス等があげられる。界面活性剤としては、たとえばアルキル硫酸エステル塩、アルキルスルホン酸塩、アルキルアリールスルホン酸塩、アルキルアリールエーテル類およびそのポリオキシエチレン化物、ポリエチレングリコールエーテル類、多価アルコールエステル類、糖アルコール誘導体等があげられる。固着剤や分散剤等の製剤用補助剤としては、たとえばカゼイン、ゼラチン、多糖類(でんぷん粉、アラビアガム、セルロース誘導体、アルギン酸等)、リグニン誘導体、ベントナイト、糖

類、合成水溶性高分子(ポリビニルアルコール、ポリビニルピロリドン、ポリアクリル酸類等)等があげられ、安定剤としては、たとえばPAP(酸性りん酸イソプロピル)、BHT(2, 6-ジ-tert-ブチル-4-メチルフェノール)、BHA(2-tert-ブチル-4-メトキシフェノールと3-tert-ブチル-4-メトキシフェノールとの混合物)、植物油、鉱物油、界面活性剤、脂肪酸またはそのエステル等があげられる。自己燃焼型燐煙剤の基材としては、たとえば硝酸塩、亜硝酸塩、グアニジン塩、塩素酸カリウム、ニトロセルロース、エチルセルロース、木粉などの燃焼発熱剤、アルカリ金属塩、アルカリ土類金属塩、重クロム酸塩、クロム酸塩などの熱分解刺激剤、硝酸カリウムなどの酸素供給剤、メラミン、小麦デンプンなどの支燃剤、珪藻土などの増量剤、合成糊料などの結合剤等があげられる。化学反応型燐煙剤の基材としては、たとえばアルカリ金属の硫化物、多硫化物、水硫化物、含水塩、酸化カルシウム等の発熱剤、炭素質物質、炭化鉄、活性白土などの触媒剤、アゾジカルボンアミド、ベンゼンスルホニルヒドラジド、ジニトロソペンタメチレンテトラミン、ポリスチレン、ポリウレタン等の有機発泡材、天然繊維片、合成繊維片等の充填剤等があげられる。毒餌の基材としては、たとえば穀物粉、植物油、糖、結晶セルロース等の餌成分、ジブチルヒドロキシトルエン、ノルジヒドログアイアレチン酸等の酸化防止剤、デヒドロ酢酸等の保存料、トウガラシ粉末等の誤食防止剤、チーズ香料、タマネギ香料、ピーナッツオイルなどの誘引剤等があげられる。フロアブル剤(水中懸濁剤または水中乳濁剤)の製剤は、一般に1~75%の本発明化合物を0.5~15%の分散剤、0.1~10%の懸濁助剤(たとえば、保護コロイドやチクソトロピー性を付与する化合物)、0~10%の適当な補助剤(たとえば、消泡剤、防錆剤、安定化剤、展着剤、浸透助剤、凍結防止剤、防菌剤、防黴剤等)を含む水中で微小に分散させることによって得られる。水の代わりに化合物がほとんど溶解しない油を用いて油中懸濁剤とすることも可能である。保護コロイドとしては、たとえばゼラチン、カゼイン、ガム類、セルロースエーテル、ポリビニルアルコール等が用いられる。チクソトロピー性を付与する化合物としては、たとえばベントナイト、アルミニウムマグネシウムシリケート、キサンタンガム、ポリアクリル酸等があげられる。このようにして得られる製剤は、そのままであるいは水等で希釈して用いる。また、他の殺虫剤、殺線虫剤、殺ダニ剤、殺菌剤、除草剤、植物生長調節剤、共力剤、肥料、土壌改良剤、動物用飼料などと混合して、または混合せずに同時に用いることもできる。

【0006】用いられる他の殺虫剤および/または殺ダニ剤および/または殺線虫剤としては、例えばフェニトロチオン〔O, O-ジメチル O-(3-メチル-4-ニトロフェニル)ホスホロチオエート〕、フェニチオン

〔O, O-ジメチル O-(3-メチル-4-(メチルチオ)フェニル)ホスホロチオエート〕、ダイアジノン〔O, O-ジエチル-O-2-イソプロピル-6-メチルピリミジン-4-イルホスホロチオエート〕、クロロピリホス〔O, O-ジエチル-O-3, 5, 6-トリクロロ-2-ピリジルホスホロチオエート〕、アセフェート〔O, S-ジメチルアセチルホスホラミドチオエート〕、メチダチオン〔S-2, 3-ジヒドロ-5-メトキシ-2-オキソ-1, 3, 4-チアジアゾール-3-イルメチル O, O-ジメチルホスホロジチオエート〕、ジスルホトン〔O, O-ジエチル S-2-エチルチオエチルホスホロチオエート〕、DDVP〔2, 2-ジクロロビニルジメチルホスフェート〕、スルプロホス〔O-エチル O-4-(メチルチオ)フェニル S-プロピルホスホロジチオエート〕、シアノホス〔O-4-シアノフェニル O, O-ジメチルホスホロチオエート〕、ジオキサベンゾホス〔2-メトキシ-4H-1, 3, 2-ベンゾジオキサホスフィニン-2-スルフィド〕、ジメトエート〔O, O-ジメチル-S-(N-メチルカルバモイルメチル)ジチオホスフェート〕、フェントエート〔エチル 2-ジメトキシホスフィノチオイルチオ(フェニル)アセテート〕、マラチオン〔ジエチル(ジメトキシホスフィノチオイルチオ)サクシネート〕、トリクロロホン〔ジメチル 2, 2, 2-トリクロロ-1-ヒドロキシエチルホスホネート〕、アジンホスメチル〔S-3, 4-ジヒドロ-4-オキソ-1, 2, 3-ベンゾトリアジン-3-イルメチル O, O-ジメチルホスホロジチオエート〕、モノクロトホス〔ジメチル(E)-1-メチル-2-(メチルカルバモイル)ビニルホスフェート〕、エチオン〔O, O, O', O'-テトラエチル S, S'-メチレンビス(ホスホロジチオエート)〕ホスチアゼート〔N-(O-メチル-S-sec-ブチル)ホスホリルチアゾリンジ-2-オン〕等の有機リン系化合物、BPMC〔2-sec-ブチルフェニルメチルカルバメート〕、ベンフラカルブ〔エチル N-(2, 3-ジヒドロ-2, 2-ジメチルベンゾフラン-7-イルオキシカルボニル(メチル)アミノチオ)-N-イソプロピル-β-アラニネート〕、プロボキスル〔2-イソプロボキシフェニル N-メチルカルバメート〕、カルボスルファン〔2, 3-ジヒドロ-2, 2-ジメチル-7-ベンゾ〔b〕フラニル N-ジブチルアミノチオ-N-メチルカーバメート〕、カルバリル〔1-ナフチル-N-メチルカーバメート〕、メソミル〔S-メチル-N-〔(メチルカルバモイル)オキシ〕チオアセトイミデート〕、エチオフェンカルブ〔2-(エチルチオメチル)フェニルメチルカーバメート〕、アルジカルブ〔2-メチル-2-(メチルチオ)プロピオンアルデヒド O-メチルカルバモイルオキシ〕、オキサミル〔N, N-ジメチル-2-メチルカルバモイルオキシイミノ-2-(メチルチオ)アセタミド〕、フェノチオ

10

20

30

40

50

カルブ〔S-4-フェノキシブチル)-N, N-ジメチルチオカーバメート等のカーバメート系化合物、エトフェンプロックス〔2-(4-エトキシフェニル)-2-メチルプロピル-3-フェノキシベンジルエーテル〕、フェンバレレート〔(RS)-α-シアノ-3-フェノキシベンジル(RS)-2-(4-クロロフェニル)-3-メチルブチレート〕、エスフェンバレレート〔(S)-α-シアノ-3-フェノキシベンジル(S)-2-(4-クロロフェニル)-3-メチルブチレート〕、フェンプロパトリン〔(RS)-α-シアノ-3-フェノキシベンジル 2, 2, 3, 3-テトラメチルシクロプロパンカルボキシレート〕、シベルメトリン〔(RS)-α-シアノ-3-フェノキシベンジル(1RS, 3RS)-(1RS, 3RS)-3-(2, 2-ジクロロビニル)-2, 2-ジメチルシクロプロパンカルボキシレート〕、ベルメトリン〔3-フェノキシベンジル(1RS, 3RS)-(1RS, 3RS)-3-(2, 2-ジクロロビニル)-2, 2-メチルシクロプロパンカルボキシレート〕、シハロトリン〔(RS)-α-シアノ-3-フェノキシベンジル(Z)-(1RS, 3RS)-3-(2-クロロ-3, 3, 3-トリフルオロプロペニル)-2, 2-ジメチルシクロプロパンカルボキシレート〕、デルタメトリン〔(S)-α-シアノ-m-フェノキシベンジル(1R, 3R)-3-(2, 2-ジブプロモビニル)-2, 2-ジメチルシクロプロパンカルボキシレート〕、シクロプロスリン〔(RS)-α-シアノ-3-フェノキシベンジル(RS)-2, 2-ジクロロ-1-(4-エトキシフェニル)シクロプロパンカルボキシレート〕、フルバリネート(α-シアノ-3-フェノキシベンジル N-(2-クロロ-α, α, α-トリフルオロ-p-トリル)-D-バリネート)、ビフェンスリン(2-メチルビフェニル-3-イルメチル)(Z)-(1RS)-cis-3-(2-クロロ-3, 3, 3-トリフルオロプロペ-1-エニル)-2, 2-ジメチルシクロプロパンカルボキシレート、アクリナスリン〔(1R-{1α(S*), 3α(Z)})〕-2, 2-ジメチル-3-[3-オキソ-3-(2, 2, 2-トリフルオロ-1-(トリフルオロメチル)エトキシ-1-プロペニル)シクロプロパンカルボン酸シアノ(3-フェノキシフェノル)メチルエステル〕、2-メチル-2-(4-ブプロモジフルオロメトキシフェニル)プロピル(3-フェノキシベンジル)エーテル、トラロメスリン〔(1R, 3S)3〔(1'R S)(1', 1', 2', 2'-テトラブプロモエチル)〕-2, 2-ジメチルシクロプロパンカルボン酸(S)-α-シアノ-3-フェノキシベンジルエステル、シラフルオフエン〔4-エトキシフェニル(3-(4-フルオロ-3-フェノキシフェニル)プロピル)ジメチルシラン等のピレスロイド化合物、ブプロフェジン(2-tert-ブチルイミノ-3-イソプロピル-5-

フェニル-1, 3, 5-トリアジアニン-4-オン) 等のチアジアジン誘導体、イミダクロプリド(1-(6-クロロ-3-ピリジルメチル)-N-ニトロイミダゾリジン-2-インデンアミン)等のニトロイミダゾリジン誘導体、カルタップ(S, S'-(2-ジメチルアミノトリメチレン)ビス(チオカーバメート))、チオシクロラム[N, N-ジメチル-1, 2, 3-トリチアン-5-イルアミン]、ベンスルタップ[S, S'-2-ジメチルアミノトリメチレンジ(ベンゼンチオサルフォネート)]等のネライストキシン誘導体、N-シアノ-N'-メチル-N'-(6-クロロ-3-ピリジルメチル)アセトアミジン等のN-シアノアミジン誘導体、エンドスルファン[6, 7, 8, 9, 10, 10-ヘキサクロロ-1, 5, 5a, 6, 9, 9a-ヘキサヒドロ-6, 9-メタノ-2, 4, 3-ベンゾジオキサチエピンオキサイド]、 γ -BHC(1, 2, 3, 4, 5, 6-ヘキサクロロシクロヘキサン)、1, 1-ビス(クロロフェニル)-2, 2, 2-トリクロロエタノール等の塩素化炭化水素化合物、クロルフルアズロン[1-(3, 5-ジクロロ-4-(3-クロロ-5-トリフルオロメチルピリジン-2-イルオキシ)フェニル)-3-(2, 6-ジフルオロベンゾイル)ウレア]、テフルベンズロン[1-(3, 5-ジクロロ-2, 4-ジフルオロフェニル)-3-(2, 6-ジフルオロベンゾイル)ウレア]、フルフェノクスロン[1-(4-(2-クロロ-4-トリフルオロメチルフェノキシ)-2-フルオロフェニル)-3-(2, 6-ジフルオロベンゾイル)ウレア]等のベンゾイルフェニルウレア系化合物、アミトラズ[N, N'-(メチルイミノ)ジメチリジン]-2, 4-キシリジン]、クロルジメホルム[N'-(4-クロロ-2-メチルフェニル)-N, N-ジメチルメチニミダミド]等のホルムアミジン誘導体、ジアフェンチウロン[N-(2, 6-ジイソプロピル-4-フェノキシフェニル)-N'-tert-ブチルカルボジイミド]等のチオ尿素誘導体、N-フェニルピラゾール誘導体、テブフェノジド[N-tert-ブチル-N'-(4-エチルベンゾイル)-3, 5-ジメチルベンゾヒドラジド]、4-ブプロモ-2-(4-クロロフェニル)-1-エトキシメチル-5-トリフルオロメチルピロール-3-カルボニトリル、ブプロモピレート[イソプロピル-4, 4'-ジブプロモベンジレート]、テトラジホン[4-クロロフェニル-2, 4, 5-トリクロロフェニルスルホン]、キノメチオネート[S, S-6-メチルキノキサリン-2, 3-ジイルジチオカルボネート]、プロパルゲイト[2-(4-tert-ブチルフェノキシ)シクロヘキシルプロパ-2-イルスルファイト]、フェンブタティンオキシド[ビス[トリ(2-メチル-2-フェニルプロピル)ティン]オキシド]、ヘキシチアゾクス[(4RS, 5RS)-5-(4-クロロフェニル)-N-クロロヘキシル-4-メチル-2-オ

キソ-1, 3-チアゾリジン-3-カルボキサミド]、クロフェンテジン[3, 6-ビス(2-クロロフェニル)-1, 2, 4, 5-テトラジン、ピリダチオベン[2-tert-ブチル-5-(4-tert-ブチルベンジルチオ)-4-クロロピリダジン-3(2H)-オン]、フェンピロキシメート[tert-ブチル(E)-4-[(1, 3-ジメチル-5-フェノキシピラゾール-4-イル)メチレンアミノオキシメチル]ベンゾエート]、テブフェンピラド[N-4-tert-ブチルベンジル)-4-クロロ-3-エチル-1-メチル-5-ピラゾールカルボキサミド]、ボリナクチンコンプレックス[テトラナクチン、ジナクチン、トリナクチン]、ミルベメクチン、アベルメクチン、イバーメクチン、アザジラクチン[AZAD]、ピリミジフェン[5-クロロ-N-[2-{4-(2-エトキシエチル)-2, 3-ジメチルフェノキシ}エチル]-6-エチルピリミジン-4-アミン、ピメトロジン[2, 3, 4, 5-テトラヒドロ-3-オキソ-4-[(ピリジン-3-イル)-メチレンアミノ]-6-メチル-1, 2, 4-トリアジン等]があげられる。

【0007】本発明化合物を農園芸用有害動物防除剤として用いる場合、その施用量は、10アールあたり、通常1gから1000gであり、好ましくは10gから100gであり、乳剤、水和剤、フロアブル剤等を水で希釈して用いる場合は、その施用濃度は通常、10ppm~1000ppmであり、粒剤、粉剤等は何ら希釈することなく製剤のままで施用する。本発明化合物を農園芸用有害動物防除剤として用いる場合、これらの製剤を有害動物から保護すべき作物等の植物に茎葉散布してもよいが、本発明化合物は浸透移行性を示すことから、これらの製剤を土壌に処理することにより、土壌に棲息する有害動物を防除することができる。また、防疫用有害動物防除剤として用いる場合には、乳剤、水和剤、フロアブル剤等は、通常水で0.01ppm~10000ppmに希釈して施用し、油剤、エアゾール、燻煙剤、ULV剤、毒餌等についてはそのまま施用する。これらの施用量、施用濃度は、いずれも製剤の種類、施用時期、施用場所、施用方法、有害動物の種類、被害程度等の状況によって異なり、上記の範囲にかかわることなく増加させたり、減少させたりすることができる。

【0008】

【実施例】以下、本発明を製造例、製剤例および試験例等により、さらに詳しく説明するが、本発明はこれらの例に限定されるものではない。まず、本発明化合物の製造例を示す。なお、本発明化合物の番号は後記表2に記載の化合物番号である。

製造例1 N-(4-トリフルオロメチル-チアゾール-2-イル)-4-トリフルオロメチルピリジン-3-カルボキサミド(本発明化合物2)の製造

13

4-トリフルオロメチルピリジン-3-カルボン酸0.573g(3.00 mmol)をテトラヒドロフラン12 mlに溶解し、N,N'-カルボニルジイミダゾール0.584g(3.60mmol)を加え30分室温で攪拌した。テトラヒドロフランを減圧下に留去し、2-アミノ-4-トリフルオロメチルチアゾール0.504g(3.00 mmol)及びトルエン10mlを加え、3時間攪拌下に加熱還流した。トルエンを減圧下に留去し、クロロホルム50 mlと10%食塩水30 mlを加えて振とう分液した。さらに水層をクロロホルムで抽出し、集めたクロロホルム層を10%食塩水で洗浄した後、硫酸マグネシウムで乾燥した。硫酸マグネシウムをろ別後、クロロホルム溶液を減圧下に濃縮し、ヘキサン-クロロホルムからの晶析により標題化合物を淡黄色粉末として0.535g(収率52.3%)得た。

【0009】製造例2 N-(1,3,4-チアジアゾール-2-イル)-4-トリフルオロメチルピリジン-3-カルボキサミド(本発明化合物6)の製造

*

14

* 4-トリフルオロメチルピリジン-3-カルボン酸1.34g(7.00 mmol)をテトラヒドロフラン20 mlに溶解し、N,N'-カルボニルジイミダゾール1.36g(8.40mmol)を加え30分室温で攪拌した。テトラヒドロフランを減圧下に留去し、2-アミノ-1,3,4-チアジアゾール0.745g(8.40mmol)及びトルエン20 mlを加え、10時間攪拌下に加熱還流した。トルエンを減圧下に留去し、酢酸エチル200 mlと10%食塩水50mlを加え振とう分液した。さらに水層を酢酸エチルで抽出し、集めた酢酸エチル層を10%食塩水で洗浄した後、硫酸マグネシウムで乾燥した。硫酸マグネシウムをろ別後、酢酸エチル溶液を減圧下に濃縮し、酢酸エチルからの晶析により標題化合物を白色粉末として0.623g(収率34.5%)得た。

【0010】本発明化合物の例を化合物番号および物性値と共に表2に示す。(一般式 化2で示される化合物の置換基の定義で示す。)

【表2】

化合物 番号	R ₁	X	mp (°C)	¹ H-NMR (CDCl ₃ / TMS), δ (ppm)
1	H	C-H	229	10.5~10.2(bs, 1H), 9.03(d, 1H), 9.01(s, 1H), 7.74(d, 1H), 6.91(d, 1H), 6.26(d, 1H)
2	H	C-CF ₃	179	10.5~10.1(bs, 1H), 9.00 (d, 1H), 8.95 (s, 1H), 7.71 (d, 1H), 7.51 (s, 1H)
3	H	C-C(CH ₃) ₃	140	8.98(s, 1H), 8.94(d, 1H), 7.68(d, 1H), 6.65(s, 1H), 1.30(s, 9H)
4	Cl	C-CF ₃	177	9.01(d, 1H), 8.93(s, 1H), 7.73(d, 1H)
5	H	C-CH ₃	131	8.95(d, 1H), 8.91(s, 1H), 7.67(d, 1H), 6.56(d, 1H), 1.91(d, 3H)
6	H	N	234	9.10(s, 1H), 9.02(d, 1H), 8.76(s, 1H), 7.71(d, 1H)

【0011】次に、一般式 化3で示されるアミン化合物の製造例を示す。

参考製造例1 2-アミノ-4-トリフルオロメチルチアゾールの製造

チオ尿素3.04g(40.0 mmol)を水70 mlに溶解し、これに室温で3-ブromo-1,1,1,トリフルオロアセトン7.64g(40.0 mmol)を滴下した。これらの混合物を3時間攪拌下に加熱還流した。クロロホルム100 mlを加え、さらに冷却下水酸化ナトリウム1.68g(40.0 mmol)を水20 mlに溶解したものを滴下した。分液後、水層をクロロホルムで抽出し、集めたクロロホルム層を10%食塩水で洗浄した。硫酸マグネシウムで乾燥後、濃縮し、標題化合物を黄色粉末として4.90g(収率72%)得た。

¹H-NMR (CDCl₃ /TMS), δ (ppm): 6.95※50

※ (s, 1H)、5.54 (bs, 2H)

【0012】次に、製剤例を示す。なお、本発明化合物は表2に記載の化合物番号で示し、部は重量部を表わす。

製剤例1 乳剤

本発明化合物1~6の各々10部をキシレン35部およびジメチルホルムアミド35部に溶解し、ポリオキシエチレンスチリルフェニルエーテル14部およびドデシルベンゼンスルホン酸カルシウム6部を加え、よく攪拌混合して各々の10%乳剤を得る。

製剤例2 水和剤

本発明化合物1~6の各々20部をラウリル硫酸ナトリウム4部、リグニンスルホン酸カルシウム2部、合成含水酸化珪素微粉末20部および珪藻土54部を混合した

中に加え、ジュースミキサーで攪拌混合して各々の20%水和剤を得る。

製剤例3 粒剤

本発明化合物1～6の各々5部にドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム5部、ペントナイト30部およびクレー60部を加え、充分攪拌混合する。次いで、これらの混合物に適量の水を加え、さらに攪拌し、造粒機で製粒し、通風乾燥して各々の5%粒剤を得る。

製剤例4 粉剤

本発明化合物1～6の各々の1部を適当量のアセトンに溶解し、これに合成含水酸化珪素微粉末5部、PAP0.3部およびクレー93.7部を加え、ジュースミキサーで攪拌混合し、アセトンを蒸発除去して各々の1%粉剤を得る。

製剤例5 フロアブル剤(水中乳濁剤)

本発明化合物1～6の各々の10部をポリビニルアルコール6部を含む水溶液40部中に加え、ミキサーで攪拌し、分散剤を得る。この中に、キサンタンガム0.05部およびアルミニウムマグネシウムシリケート0.1部を含む水溶液40部を加え、さらに、プロピレングリコール10部を加えて緩やかに攪拌混合して各々の10%水中乳濁剤を得る。

製剤例6 油剤

本発明化合物1～6の各々の0.1部をキシレン5部およびトリクロロエタン5部に溶解し、これを脱臭灯油89.9部に混合して各々の0.1%油剤を得る。

製剤例7 油性エアゾール

本発明化合物1～6の各々の0.1部、テトラメスリン0.2部、d-フェノスリン0.1部、トリクロロエタン10部および脱臭灯油59.6部を混合溶解し、エアゾール容器に充填し、バルブ部分を取り付けた後、該バルブ部分を通じて噴射剤(液化石油ガス)30部を加圧充填して各々の油性エアゾールを得る。

製剤例8 水性エアゾール

本発明化合物1～6の各々の0.2部、d-アレスリン0.2部、d-フェノスリン0.2部、キシレン5部、脱臭灯油3.4部および乳化剤{アトモス300(アトラスケミカル社登録商標名)}1部を混合溶解したものと、純粋50部とをエアゾール容器に充填し、バルブ部分を取り付け、該バルブ部分を通じて噴射剤(液化石油ガス)4

0部を加圧充填して各々の水性エアゾールを得る。

製剤例9 毒餌

本発明化合物1～6の各々10mgをアセトン0.5mlに溶解し、この溶液を動物用固型飼料粉末(飼育繁殖用固型飼料粉末CE-2, 日本クレア株式会社商品名)5gに処理し、均一に混合する。ついでアセトンを風乾し、各々の0.5%毒餌を得る。

【0013】次に、本発明化合物が有害動物防除剤の有効成分として有用であることを試験例により示す。なお、本発明化合物は表2に記載の化合物番号で示す。

試験例1 ワタアブラムシに対する殺虫試験(茎葉散布試験)

製剤例1に準じて得られた供試化合物の乳剤を、有効成分濃度が500ppmになるように水で希釈した。第1本葉が展開したポリエチレンカップ植えのキュウリの第1本葉にワタアブラムシ無翅胎生成虫を5頭接種し、産卵させた。その1日後、ワタアブラムシの寄生したカップ植えのキュウリに該希釈液を20ml/カップの割合で散布した。散布6日後に、式数1により防除価を求めた。

【数1】

$$\text{防除価}(\%) = \left(1 - \frac{Cb \cdot Tai}{Tb \cdot Cai}\right) \times 100$$

ここで、

Cb: 無処理区の処理前の虫数

Cai: 無処理区の観察時の虫数

Tb: 実験区の処理前の虫数

Tai: 実験区の観察時の虫数

である。その結果、本発明化合物1～6は各々防除価100を示した。

【0014】試験例2 ワタアブラムシに対する殺虫試験(浸透移行性試験)

製剤例1に準じて得られた供試化合物の乳剤を、有効成分濃度が500ppmになるように水で希釈した。ポリエチレンカップ植えのキュウリの株元に、該希釈液を10cc/1ポットの割合でかん注した。薬剤処理5日後に、ワタアブラムシ成虫を5頭本葉上に放飼し、放飼6日後に上記式数1により防除価を求めた。その結果、本発明化合物1～6は各々防除価100を示した。